SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 6989.19:2009

Air dan air limbah – Bagian 19: Cara uji klorida (Cl^-) dengan metode argentometri

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

ICS 13.060.50

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Cara uji 1
4 Pengendalian mutu 3
5 Presisi dan bias 4
6 Rekomendasi 4
Lampiran A (normatif) Pelaporan 5
Lampiran B (informatif) Gangguan 6
Bibliografi 7

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini merupakan revisi dari SNI 06-6989.19-2004, *Air dan air limbah – Bagian 19: Cara uji klorida (Cl^-) dengan metode argentometri (mohr)*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examinatioan of Water and Wastewater ,* 21st Edition, editor L.S Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC, 2005, (4500 – Cl^- B). SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 29 Oktober 2008 di Serpong, Tangerang – Banten dan telah melalui jajak pendapat pada tanggal 18 Maret 2009 sampai dengan 18 Juni 2009, dengan hasil akhir RASNI.

Dengan ditetapkannya SNI 06-6989.19-2009 ini, maka penerapan SNI 06-6989.19-2004 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pengguna SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.

© BSN 2009

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Air dan air limbah – Bagian 19:
Cara uji klorida (Cl^-) dengan metode argentometri

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk penentuan kadar klorida (Cl^-) dalam air yang relatif jernih pada kisaran kadar 1,5 mg Cl^-/L sampai dengan 100 mg Cl^-/L.

2 Istilah dan definisi

2.1
air bebas mineral
air yang diperoleh dengan cara penyulingan atau proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 2 µS/cm

2.2
blind sample
larutan dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan sama dengan contoh uji

2.3
larutan baku
larutan yang mempunyai kadar analit tertentu

2.4
larutan blanko
air bebas mineral yang diperlakukan sama dengan contoh uji

2.5
spike matrix
contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Dalam larutan netral atau sedikit basa, ion perak bereaksi secara kuantitatif dengan ion klorida. Titrasi diakhiri dengan pembentukan perak kromat yang berwarna merah hasil reaksi kelebihan ion perak dengan ion kromat.

3.2 Bahan

a) air bebas mineral;

b) larutan baku natrium klorida (NaCl) 0,0141 N;
Larutkan 824 mg NaCl, yang telah dikeringkan pada 140ºC selama 2 jam, dalam air bebas mineral dan encerkan sampai 1000 mL. Larutan ini mempunyai kadar klorida 500 mg Cl/L.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

c) larutan baku perak nitrat ($AgNO_3$) 0,0141 N;
Larutkan 2,395 g $AgNO_3$ dalam air bebas mineral dan encerkan sampai 1000 mL. Bakukan dengan larutan NaCl 0,0141 N. Simpan dalam botol berwarna coklat (gelap).

d) larutan indikator kalium kromat (K_2CrO_4) 5 %;
Larutkan 50 g K_2CrO_4 dengan sedikit air bebas mineral, tambahkan larutan $AgNO_3$ sampai terbentuk endapan merah dengan jelas. Biarkan selama 12 jam, saring dan encerkan dengan air bebas mineral sampai 1 L.

e) larutan asam sulfat (H_2SO_4) 1 N;
Tambahkan 28 mL H_2SO_4 pekat sedikit demi sedikit ke dalam ± 800 mL air bebas mineral sambil diaduk dan encerkan sampai 1 L.

f) larutan natrium hidroksida (NaOH) 1 N;
Larutkan 40 g NaOH dalam air bebas mineral dan encerkan sampai 1 L.

g) suspensi aluminium hdroksida ($Al(OH)_3$);
Larutkan 125 g aluminium kalium sulfat ($AlK(SO_4)_2.12H_2O$) atau aluminium amonium sulfat ($AlNH_4(SO_4)_2.12\ H_2O$) dalam 1 L air bebas mineral. Panaskan sampai 60 °C dan tambahkan 55 mL NH_4OH pekat secara perlahan sambil diaduk. Biarkan selama 1 jam, pindahkan ke dalam botol dan cuci endapannya dengan air bebas mineral beturut-turut dengan proses pengadukan dan pengenaptuangan (dekantasi) sehingga diperoleh volume suspensi lebih kurang 1 L.

h) hidrogen peroksida (H_2O_2) 30 %.

3.3 Peralatan

a) buret 50 mL atau alat titrasi lain yang setara;
b) labu *Erlenmeyer* 250 mL;
c) labu ukur 1000,0 mL;
d) pH meter;
e) pipet ukur 5 mL;
f) pipet volumetrik 10,0 mL; 25,0 mL; 50,0 mL dan 100,0 mL;
g) gelas piala 2 L;
h) desikator;
i) oven; dan
j) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg.

3.4 Persiapan contoh uji

a) Apabila contoh uji berwarna pekat, tambahkan 3 mL suspensi $Al(OH)_3$ setiap 100 mL contoh uji, aduk, biarkan mengendap dan saring.
b) Apabila contoh uji mengandung sulfida, sulfit atau tiosulfat, tambahkan 1 mL H_2O_2 setiap 100 mL contoh uji dan aduk selama 1 menit.
c) Atur pH contoh uji pada kisaran 7 sampai dengan 10 dengan larutan H_2SO_4 1 N atau larutan NaOH 1 N.

3.5 Persiapan pengujian

Pembakuan larutan $AgNO_3$:
a) pipet 25 mL larutan baku NaCl 0,0141 N, masukkan ke dalam labu *Erlenmeyer* 250 mL, tambahkan air bebas mineral hingga menjadi 100 mL;
b) tambahkan 1 mL larutan indikator K_2CrO_4;

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

c) titar dengan larutan $AgNO_3$ sampai terbentuk warna kuning kemerahan sebagai titik akhir, catat kebutuhan larutan $AgNO_3$ (A mL);
d) lakukan langkah 3.5 a) sampai c) dengan menggunakan air bebas mineral sebagai larutan blanko, catat kebutuhan larutan $AgNO_3$ (B mL);
e) hitung normalitas larutan $AgNO_3$ sebagai berikut:

$$\text{Normalitas larutan } AgNO_3 = \frac{V \cdot N}{(A - B)} \quad (1)$$

Keterangan:

A adalah volume larutan $AgNO_3$ yang dibutuhkan untuk titrasi larutan NaCl, dinyatakan dalam mililiter (mL);
B adalah volume larutan $AgNO_3$ yang dibutuhkan untuk titrasi larutan blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL);
N adalah normalitas larutan NaCl;
V adalah volume larutan NaCl yang digunakan, dinyatakan dalam mililiter (mL).

3.6 Prosedur

a) pipet 100 mL contoh uji atau sejumlah volume contoh uji yang telah diencerkan menjadi 100 mL, masukkan ke dalam labu *Erlenmeyer* 250 mL;
b) tambahkan 1 mL larutan indikator K_2CrO_4;
c) titar dengan larutan $AgNO_3$ sampai terbentuk warna kuning kemerahan sebagai titik akhir, catat kebutuhan larutan $AgNO_3$ (A mL);
d) lakukan langkah 3.6 a) sampai c) dengan menggunakan air bebas mineral sebagai blanko, catat kebutuhan larutan $AgNO_3$ (B mL).

3.7 Perhitungan

Kadar klorida (mg Cl^-/L):

$$Cl \quad (mgCl^-/L) = \frac{(A - B) \times N \times 35450}{V} \times f \quad (2)$$

Keterangan:

A adalah volume larutan $AgNO_3$ yang dibutuhkan untuk titrasi contoh uji, dinyatakan dalam mililiter (mL);
B adalah volume larutan $AgNO_3$ yang dibutuhkan untuk titrasi larutan blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL);
N adalah normalitas larutan $AgNO_3$;
f adalah faktor pengenceran;
V adalah volume contoh uji, dinyatakan dalam mililiter (mL).

4 Pengendalian mutu

a) Gunakan bahan kimia pro analisis (pa).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
d) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui batas waktu penyimpanan maksimum.
e) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % dari jumlah contoh uji atau 1 (satu) kali jika jumlah contoh uji kurang dari 10. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference*/RPD) sama atau lebih besar atau sama dengan 10 %, lakukan pengukuran ketiga untuk mendapatkan RPD kurang dari 10 %.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Persen RPD:

$$\%\,\mathrm{RPD} = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\,\% \qquad (3)$$

f) Lakukan *spike matrix* untuk kontrol akurasi dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per satu seri pengukuran atau satu kali apabila jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran temu balik 90 % sampai dengan 110 %.

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\%\,\mathrm{R} = \left(\frac{\mathrm{A} - \mathrm{B}}{\mathrm{C}} \right) \times 100\,\% \qquad (4)$$

Keterangan:

A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (*spike*), dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L);
B adalah kadar contoh uji, dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L);
C adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*), dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L).

5 Presisi dan bias

Standar ini telah melalui uji banding metode dengan peserta 13 laboratorium pada kadar 29,5 mg Cl^-/L dengan tingkat presisi (% RSD) 7,4 % dan akurasi (bias metode) 2,1 %.

6 Rekomendasi

a) Lakukan analisis *blind sample.*
b) Lakukan analisis CRM (*Certified Reference Material*) untuk kontrol akurasi dengan kisaran persen temu balik (% R) 90 % sampai dengan 110 % atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
c) Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Nomor contoh uji.
2) Tanggal penerimaan contoh uji.
3) Parameter yang dianalisis.
4) Nama analis.
5) Tanggal analisis.
6) Rekaman volume contoh uji yang dititar.
7) Rekaman volume larutan $AgNO_3$ untuk titrasi contoh uji dan blanko.
8) Rekaman hasil perhitungan.
9) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
10) Rekaman hasil pengukuran persen temu balik *spike metrix* atau standar kerja, *blind sample* atau *CRM.*
11) Kadar analit dalam contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran B
(informatif)
Gangguan

Beberapa gangguan yang ada pada metode ini antara lain:

B.1 Bromida (Br^-), iodida (I^-), sianida (CN^-) terhitung sebagai klorida.

B.2 Ion-ion sulfida, tiosulfat, dan sulfit mengganggu, tetapi dapat dihilangkan dengan hidrogen peroksida (H_2O_2).

B.3 Ortofosfat dengan kadar lebih besar dari 25 mg/L mengganggu dengan terbentuknya endapan perak fosfat (Ag_3PO_4).

B.4 Besi dengan kadar lebih dari 10 mg Fe/L akan mengaburkan titik akhir.

B.5 Ion karbonat dapat mengganggu dan dapat dihilangkan dengan menurunkan pH larutan menggunakan asam sulfat (H_2SO_4).

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Bibliografi

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005 (4500 – Cl^- B)

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id

© BSN 2009